

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **2003-096429**

(43)Date of publication of application : **03.04.2003**

(51)Int.Cl. **C09J183/07**
C09J 7/02
C09J183/04
C09J183/05

(21)Application number : **2001-290863** (71)Applicant : **SHIN ETSU**
CHEM CO LTD

(22)Date of filing : **25.09.2001** (72)Inventor : **AOKI SHUNJI**

(54) SILICONE ADHESIVE COMPOSITION AND ADHESIVE TAPE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a silicone adhesive composition and adhesive tape capable of being peeled cleanly without leaving adhesive where the tape is applied on or masked a metal, especially copper, and has exposed a high temperature hysteresis of 150-250° C.

SOLUTION: A silicone adhesive composition contains a phenolic antioxidant.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's
decision of rejection]

[Kind of final disposal of
application other than the
examiner's decision of rejection or
application converted registration]

[Date of final disposal for
application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against
examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against
examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-96429

(P2003-96429A)

(43) 公開日 平成15年4月3日 (2003.4.3)

| (51) Int.Cl. ⁷ | 識別記号 | F I | テマコード* (参考) |
|---------------------------|------|----------------|-------------|
| C 0 9 J 183/07 | | C 0 9 J 183/07 | 4 J 0 0 4 |
| 7/02 | | 7/02 | Z 4 J 0 4 0 |
| 183/04 | | 183/04 | |
| 183/05 | | 183/05 | |

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 9 頁)

| | | | |
|-----------|------------------------------|----------|--|
| (21) 出願番号 | 特願2001-290863 (P2001-290863) | (71) 出願人 | 000002060 信越化学工業株式会社 東京都千代田区大手町二丁目6番1号 |
| (22) 出願日 | 平成13年9月25日 (2001.9.25) | (72) 発明者 | 青木 俊司 群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10 信越化学工業株式会社シリコン電子材料 技術研究所内 |
| | | (74) 代理人 | 100079304 弁理士 小島 隆司 (外1名) |

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 シリコン粘着剤組成物及び粘着テープ

(57) 【要約】

【解決手段】 フェノール系酸化防止剤を含有することを特徴とするシリコン粘着剤組成物。

【効果】 本発明により、金属、特に銅などの被着体に貼りつけたりマスキングし、150～250℃の高温の履歴を受けた場合でも、糊残りを起こさず、きれいに剥離することが可能なシリコン粘着剤組成物及び粘着テープを得ることができる。

【特許請求の範囲】

を特徴とするシリコン粘着剤組成物。

【請求項1】 フェノール系酸化防止剤を含有すること

【請求項2】 (A) アルケニル基含有ポリオルガノシロキサン

20～80重量部、

(B) $R^1_3SiO_{0.5}$ 単位及び SiO_2 単位を含有し、 $R^1_3SiO_{0.5}$ 単位/ SiO_2 単位のモル比が0.6～1.7であるポリオルガノシロキサン (R^1 は炭素数1～10の1価炭化水素基) 80～20重量部、

(C) SiH 基を含有するポリオルガノシロキサン

(A) 成分中のアルケニル基に対する (C) 成分中の SiH 基のモル比が0.5～2.0となる量、

(D) 制御剤

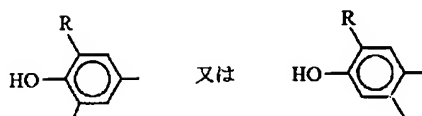
(A), (B) 成分の合計100重量部に対して0～5.0重量部、

(E) 白金系触媒

(A), (B) 成分の合計に対し白金分として1～5,000ppm、

(F) フェノール系酸化防止剤として、分子中に下記式

【化1】



(式中、Rは炭素数1～6の1価炭化水素基を示す。)

で示される構造を有するフェノール系化合物 (A),

(B) の合計100重量部に対して0.1～10重量部を含有することを特徴とするシリコン粘着剤組成物。

【請求項3】 銅又は銅合金からなる電気電子部品のマスキングテープ用である請求項1又は2記載のシリコン粘着剤組成物。

【請求項4】 プラスチックフィルムの少なくとも1面に請求項1、2又は3記載のシリコン粘着剤組成物の硬化物層が積層されていることを特徴とする粘着テープ。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、特に銅などの金属に対して用いた場合でも糊残りしないシリコン粘着剤組成物及び粘着テープに関する。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】 シリコン粘着剤を使用した粘着テープや粘着ラベルは、シリコン粘着剤層が耐熱性、耐寒性、耐候性、電気絶縁性及び耐薬品性に優れることから、アクリル系粘着剤、ゴム系粘着剤、ウレタン系粘着剤、エポキシ系粘着剤では変質・劣化してしまうような厳しい環境下で使用されている。

【0003】 この場合、シリコン粘着剤を用いた粘着テープなどを製造するには、シリコン粘着剤をプラスチックフィルムなどに塗工し、粘着特性を向上させるため架橋反応を行い、硬化させる。

【0004】 このような粘着テープの用途には、耐熱性

のある基材にシリコン粘着剤を塗工して製造した耐熱粘着テープ、耐熱マスキングテープ、耐薬品マスキングテープなどが挙げられる。

【0005】 耐熱マスキングテープや耐薬品マスキングテープは、プリント配線板などの製造時にエッチング液やメッキ液などの薬液やハンダが必要でない部分に付着するのを防止するために用いられる。この場合、処理液が付着・浸漬したり処理温度条件下におかれても粘着テープが剥がれたり、浮きが生じて保護部分が汚染されてはならないが、処理が終了すれば被着体に粘着剤が移行したり残留することなく剥がせることが必要である。粘着剤が移行したり残留した場合には、プリント配線板製造の障害の原因になる。

【0006】 また、上記テープは半導体装置を製造する際に、リードフレームなどを保護したり、リードフレームのリードピンを固定するためにも用いられる。この場合も、半導体チップを固定・接着したりワイヤボンディングを行う際や半導体チップを樹脂封止する際に150～250℃の高温下におかれても粘着剤が剥がれたり、浮きが生じてはならず、更に処理が終了すれば被着体に移行したり残留することなく剥がせることが必要である。

【0007】 ところが、従来のシリコン粘着剤を用いた粘着テープを金属部分に貼り付けたりマスキングし、150～250℃の高温の履歴を受けた場合、特にその金属が銅や銅合金、鉄などの金属であれば、粘着テープを剥がして除去するときにシリコン粘着剤層が凝集破壊し、金属部分に粘着剤が残留したり、粘着テープの基材から粘着剤層が金属部分に移行してしまうことがあった。これを糊残りという。

【0008】 本発明は、上記事情を改善したもので、金属、特に銅や銅合金、鉄などの被着体に貼り付けたりマスキングし、150～250℃の高温の履歴を受けた場

合でも、糊残りを起こさず、きれいに剥離することが可能なシリコン粘着剤組成物及び粘着テープを提供することを目的とする。

【0009】

【課題を解決するための手段及び発明の実施の形態】本発明者は、上記目的を達成するため鋭意検討を行った結果、シリコン粘着剤組成物に対してフェノール系硬化防止剤を含有させること、特に付加反応硬化型のシリコン粘着剤組成物は、ビニル基をもつ主鎖が R^1_2SiO 単位からなる直鎖のポリオルガノシロキサン、 $R^1_3SiO_{0.5}$ 単位と SiO_2 単位とからなる3次元構造のポリオルガノシロキサン、ポリオルガノヒドロシロキサン又は白金化合物が硬化触媒として用いられる（特公昭54-37907号公報）が、このような付加反応硬化型のシリコン粘着剤組成物にフェノール系酸化防止剤を含有させることにより、銅などの金属に対して糊残りしないシリコン粘着剤を得ることができること、この場

(A) アルケニル基含有ポリオルガノシロキサン

20～80重量部、
(B) $R^1_3SiO_{0.5}$ 単位及び SiO_2 単位を含有し、 $R^1_3SiO_{0.5}$ 単位/ SiO_2 単位のモル比が0.6～1.7であるポリオルガノシロキサン（ R^1 は炭素数1～10の1価炭化水素基）
80～20重量部、

(C) SiH 基を含有するポリオルガノシロキサン

(A) 成分中のアルケニル基に対する (C) 成分中の SiH 基のモル比が0.5～20となる量、

(D) 制御剤

(A), (B) 成分の合計100重量部に対して0～5.0重量部、

(E) 白金系触媒

(A), (B) 成分の合計に対し白金分として1～5,000ppm、

(F) フェノール系酸化防止剤として、分子中に下記式

【化3】



（式中、Rは炭素数1～6の1価炭化水素基、好ましくはtert-ブチル基を示す。）で示される構造を有するフェノール系化合物(A), (B)の合計100重量部に対して0.1～10重量部を含有することを特徴とするシリコン粘着剤組成物を提供する。また、本発明は、プラスチックフィルムの少なくとも1面に上記のシリコン粘着剤組成物の硬化物層が積層されていることを特徴とする粘着テープを提供する。

【0012】この場合、これらシリコン粘着剤組成物及び粘着テープは、特に銅又は銅合金の電気電子部品のマスキングテープ用として有効に用いられる。

【0013】以下、本発明につき更に詳しく説明する。本発明のシリコン粘着剤組成物は、フェノール系酸化

合、フェノール系酸化防止剤としては、分子中に下記式【0010】

【化2】



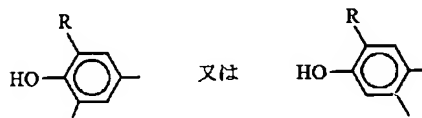
（式中、Rは炭素数1～6の1価炭化水素基、好ましくはtert-ブチル基を示す。）で示される構造を有するものが好ましく、この種のフェノール系酸化防止剤を使用することにより、銅版や銅配線などに粘着剤を張り付け、150～250℃の加熱エージングを行った後、粘着剤を剥がしても銅に対して糊残りしないという効果をより有効に達成するものであることを知見し、本発明をなすに至った。

【0011】従って、本発明はフェノール系酸化防止剤を含有するシリコン粘着剤組成物、特に

防止剤を含有するものである。この場合、フェノール系酸化防止剤としては、分子中に下記式の構造を有するものが好ましい。

【0014】

【化4】



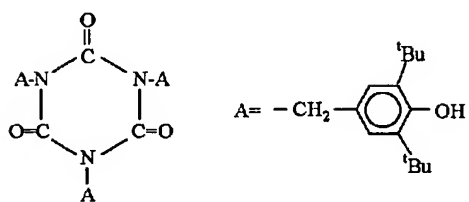
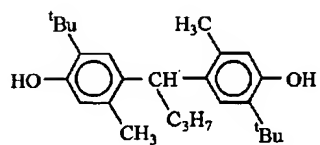
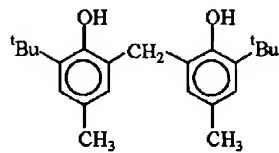
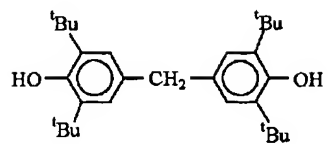
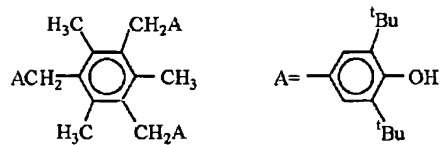
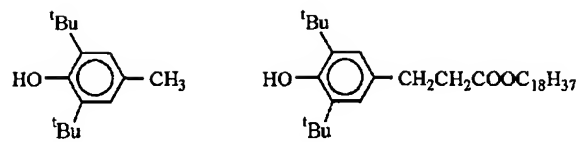
（式中、Rは炭素数1～6のアルキル基等の1価炭化水素基を示すが、好ましくはtert-ブチル基である。）

【0015】具体例としては、下記に示したものが挙げられる。なお、下記例において、t Buはtert-ブチル基を示す。

【0016】

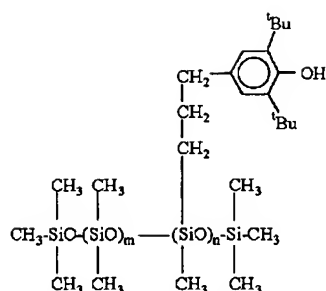
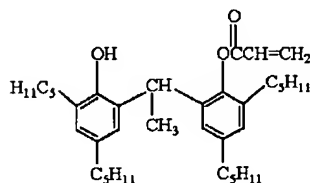
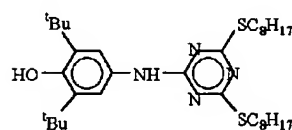
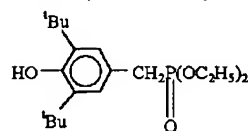
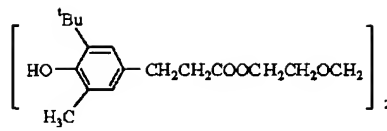
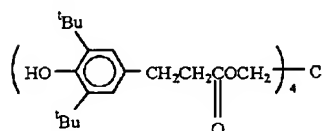
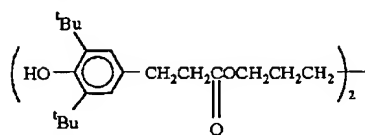
【化5】

(4) 開2003-96429 (P2003-964e5



【0017】

【化6】


 $(m \geq 0, n \geq 1)$


【0018】上記フェノール系酸化剤の配合量は、シリコン粘着剤組成物全体の0.05～20重量%、特に0.1～10重量%とすることができる。

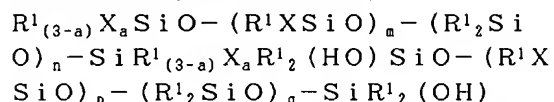
【0019】ここで、シリコン粘着剤組成物としては、公知の組成、硬化方式のものが使用し得るが、特に付加反応硬化型のシリコン粘着剤組成物が好ましい。

【0020】この場合、このシリコン粘着剤としては、下記成分を含有するものであることが好ましい。

(A) アルケニル基含有ポリオルガノシロキサン、
(B) $R^1_3SiO_{0.5}$ 単位及び SiO_2 単位を含有するポリオルガノシロキサン、(C) SiH 基を含有するポリオルガノシロキサン(ポリオルガノハイドロジェンシロキサン)、(D) 制御剤、(E) 白金触媒、(F) 上記フェノール系酸化防止剤。

【0021】以下、更に詳述すると、(A)成分はアル

ケニル基含有ポリオルガノシロキサンであり、下記式で示されるものであることが好ましい。



(式中、 R^1 は脂肪族不飽和結合を有さない1価炭化水素基、 X はアルケニル基含有有機基であり、 a は0～3の整数、好ましくは1、 m は0以上、 n は100以上の数であり、 a と m は同時に0にならない。また、 p は1以上、 q は100以上の数である。)

【0022】ここで、 R^1 としては、炭素数1～10のものが好ましく、例示すると、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基などのアルキル基、シクロヘキシル基などのシクロアルキル基、フェニル基、トリル基などのアリール基などであり、特にメチル基、フェニル基が好ましい。

【0023】Xのアルケニル基含有有機基としては、炭素数2～10のものが好ましく、ビニル基、アリル基、ヘキセニル基、オクテニル基、アクリロイルプロピル基、アクリロイルメチル基、メタクリロイルプロピル基、シクロヘキセニルエチル基、ビニルオキシプロピル基などが好ましい。

【0024】このポリジオルガノシロキサンはオイル状、生ゴム状であればよく、(A)成分の粘度は25℃において50mPa・s以上、特に100mPa・s以上が好ましく、このとき2種以上を併用してもよい。

【0025】(B)成分は $R^1_3SiO_{0.5}$ 単位(R^1 は前記と同じ)及び SiO_2 単位を含有し、 $R^1_3SiO_{0.5}$ 単位/ SiO_2 単位のモル比が0.6～1.7であるポリオルガノシロキサンである。 R^1 は前記同様の基を示す。 $R^1_3SiO_{0.5}$ 単位/ SiO_2 単位のモル比が0.6未満では、粘着力やタックが低下することがあり、1.7を超えると粘着力や保持力が低下することがある。このとき(B)成分は、 $SiOH$ 基を含有していてもよく、 OH 基含有量は0～4.0重量%であればよい。なお、(B)成分は2種以上を併用してもよい。

【0026】(A)、(B)成分は単純に混合したものを使用してもよいし、(A)成分に次式の $R^1_2(HO)SiO-(R^1XSIO)_p-(R^1_2SiO)_q-SiR^1_2(OH)$ ものを含む場合、(A)、(B)成分を縮合反応物として使用してもよい。縮合反応を行うには、トルエンなどの溶剤に溶解した(A)、(B)成分の混合物をアルカリ性触媒を用い、室温乃至還流下で反応させればよい。

【0027】(A)、(B)成分の配合比は重量比として20/80～80/20、特に30/70～70/30とすることが好ましい。

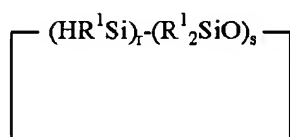
【0028】(C)成分は架橋剤で、1分子中にケイ素原子に結合した水素原子を少なくとも2個、好ましくは3個以上有するオルガノハイドロジェンポリシロキサンで、直鎖状、分枝状、環状のものなどを使用することができる。

【0029】(C)成分として、下記式のものを例示することができるが、これらのものには限定されない。

【0030】 $H_bR^1_{3-b}SiO-(HR^1SiO)_x-(R^1_2SiO)_y-SiR^1_{3-b}H_b$

又は、

【化7】



(R^1 は前記の炭化水素であり、bは0～3の整数、

x, yは整数であり、このオルガノヒドロポリシロキサンの25℃における粘度が1～5, 000mPa・sとなる数を示す。また、rは1以上の整数、sは0以上の整数で、かつ $r+s \geq 3$ 以上、好ましくは $8 \leq n+s \leq 3$ の整数を示す。)

【0031】このオルガノヒドロポリシロキサンの25℃における粘度は、1～5, 000mPa・sであることが好ましく、2種以上の混合物でもよい。

【0032】(C)成分の使用量は(A)成分中のアルケニル基に対する(C)成分中の SiH 基のモル比が0.5～2.0、特に1～1.5の範囲となるように配合することが好ましい。0.5未満では架橋密度が低くなり、これにともない保持力が低くなることがあり、2.0を超えると粘着力及びタックが低下することがある。

【0033】(D)成分は制御剤であり、具体例としては、3-メチル-1-ブチン-3-オール、3-メチル-1-ペンチン-3-オール、3,5-ジメチル-1-ヘキシン-3-オール、1-エチルシクロヘキサノール、3-メチル-3-トリメチルシロキシ-1-ブチン、3-メチル-3-トリメチルシロキシ-1-ペンチン、3,5-ジメチル-3-トリメチルシロキシ-1-ヘキシン、1-エチル-1-トリメチルシロキシシクロヘキサン、ビス(2,2-ジメチル-3-ブチノキシ)ジメチルシラン、1,3,5,7-テトラメチル-1,3,5,7-テトラビニルシクロテトラシロキサン、1,1,3,3-テトラメチル-1,3-ジビニルジシロキサンなどが挙げられる。

【0034】(D)成分の配合量は成分(A)、(B)成分の合計100重量部に対して0～5.0重量部の範囲であればよく、特に0.05～2.0重量部が好ましい。5.0重量部を超えると硬化性が低下することがある。

【0035】(E)成分は白金系触媒であり、塩化白金酸、塩化白金酸のアルコール溶液、塩化白金酸とアルコールとの反応物、塩化白金酸とオレフィン化合物との反応物、塩化白金酸とビニル基含有シロキサンとの反応物などが挙げられる。

【0036】添加量は(A)、(B)成分の合計に対し、白金分として1～5, 000ppm、特に5～2, 000ppmとすることが好ましい。1ppm未満では硬化性が低下し、架橋密度が低くなり、保持力が低下することがあり、5, 000ppmを超えると処理浴の使用可能時間が短くなる場合がある。

【0037】上記の付加反応硬化型シリコン粘着剤組成物に、(F)成分として上述したフェノール系酸化防止剤を添加する。この場合、(F)成分の添加量は

(A)、(B)成分の合計100重量部に対して0.1～1.0重量部が好ましい。0.1重量部未満では糊残りが発生しやすく、1.0重量部を超えると、保持力が低下することがある。

【0038】本発明のシリコーン粘着剤組成物には、上記各成分以外に任意成分を添加することができる。例えば、ポリジメチルシロキサン、ポリジメチルジフェニルシロキサンなどの非反応性のポリオルガノシロキサン、塗工の際の粘度を下げるための溶剤として、トルエン、キシレン等の芳香族系溶剤、ヘキサン、オクタン、イソパラフィンなどの脂肪族系溶剤、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトンなどのケトン系溶剤、酢酸エチル、酢酸イソブチルなどのエステル系溶剤、ジイソプロピルエーテル、1, 4-ジオキサンなどのエーテル系溶剤、又はこれらの混合溶剤、染料、顔料などが使用される。

【0039】上記のように配合されたシリコーン粘着剤組成物は、種々の基材に塗工し、所定の条件にて硬化させることにより粘着剤層を得ることができる。

【0040】基材としては、ポリエステル、ポリテトラフルオロエチレン、ポリイミド、ポリフェニレンスルフィド、ポリアミド、ポリカーボネート、ポリスチレン、ポリプロピレン、ポリエチレン、ポリ塩化ビニルなどのプラスチックフィルム、アルミニウム箔、銅箔などの金属箔、和紙、合成紙、ポリエチレンラミネート紙などの紙、布、ガラス繊維、これらのうちの複数を積層してなる複合基材が挙げられる。

【0041】これらの基材と粘着層の密着性を向上させるためにプライマー処理、コロナ処理、エッチング処理、プラズマ処理したものを用いてもよい。

【0042】塗工方法は、公知の塗工方式を用いて塗工すればよく、コンマコーター、リップコーター、ロールコーター、ダイコーター、ナイフコーター、ブレードコーター、ロッドコーター、キスコーター、グラビアコーター、スクリーン塗工、浸漬塗工、キャスト塗工などが挙げられる。

【0043】塗工量としては、硬化したあとの粘着剤層の厚みとして1~200 μ mとすることができる。

【0044】硬化条件としては、付加反応硬化型の場合、80~130℃で30秒~3分、過酸化物硬化型の場合は100~200℃で30秒~15分とすることができるが、この限りではない。

【0045】上記のように基材に直接塗工して粘着テープを製造してもよいし、剥離コーティングを行った剥離フィルムや剥離紙に塗工し、硬化を行った後、上記の基材に貼り合わせる転写法により粘着テープを製造してもよい。

【0046】本発明の粘着剤組成物或いは粘着テープは、特に金属、とりわけ、銅又は銅合金からなる電気電子部品に対し、エッチング処理、メッキ処理、ハンダ処理を行う場合や、更には半導体装置製造時に半導体チップの固定・接着、ワイヤボンディング、樹脂封止などを行う場合のリードフレームのマスキングテープ用として好適に用いられる。

【0047】

【発明の効果】本発明により、金属、特に銅などの被着体に貼りつけたりマスキングし、150~250℃の高温の履歴を受けた場合でも、糊残りを起こさず、きれいに剥離することが可能なシリコーン粘着剤組成物及び粘着テープを得ることができる。

【0048】

【実施例】以下、実施例と比較例を示して本発明を具体的に説明するが、本発明は下記の実施例に制限されるものではない。なお、例中の部は重量部を示したものであり、特性値は下記の試験方法による測定値を示す。また、Meはメチル基、Viはビニル基、^tBuはtert-ブチル基を表す。

【0049】糊残り性

シリコーン粘着剤組成物溶液を、厚み25 μ m、幅25mmのポリイミドフィルムに硬化後の厚みが30 μ mとなるようにアプリケーションを用いて塗工した後、130℃、1分の条件で加熱し硬化させ、粘着テープを作成した。この粘着テープを金属板（研磨した銅板又は磨き銅板）に貼りつけ、重さ2kgのゴム層で被覆されたローラーを1往復させることにより圧着した後、200℃の乾燥機中で放置した。所定時間後に金属板を取り出し、室温まで冷やした後、粘着テープを剥がして、粘着剤層が凝集破壊し金属板の表面に粘着剤が残留するかどうかを観察した。

【0050】粘着力

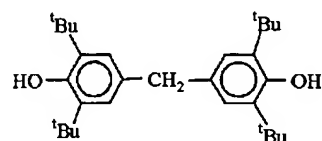
糊残り性評価と同様の方法で粘着テープを作成し、この粘着テープをステンレス板に貼りつけ、重さ2kgのゴム層で被覆されたローラーを1往復させることにより圧着した。室温で約20時間放置した後、引っ張り試験機を用いて300mm/分の速度で180°の角度でテープをステンレス板から引き剥がすのに要する力(N/25mm)を測定した。

【0051】保持力

糊残り性評価と同様の方法で粘着テープを作成した。この粘着テープをステンレス板の下端に粘着面積が25×25mmとなるように貼りつけ、粘着テープの下端に重さ1kgの荷重をかけ、200℃で1時間、垂直に放置した後のずれ距離を読みとり顕微鏡で測定した。

【0052】〔実施例1〕付加反応硬化型シリコーン粘着剤KR-3700（信越化学工業社製）100部、トルエン50部、下記式のフェノール系酸化防止剤（A）0.6部

【化8】



を混合した後、白金触媒CAT-PL-50T（信越化

学工業社製) 0.5部を添加し、更に混合し、シリコン粘着剤組成物溶液を調製した。このシリコン粘着剤組成物の糊残り性、粘着力、保持力を測定した。結果を表1に示す。

【0053】[比較例1] 実施例1でフェノール系酸化防止剤(1)を添加しないシリコン粘着剤組成物溶液を調製した。このシリコン粘着剤の糊残り性、粘着力、保持力を測定した。結果を表1に示す。

【0054】[比較例2] 下記式のアルケニル基含有ポリジメチルシロキサン30部、

【化9】

$\text{Me}_2\text{ViSiO}-[\text{MeViSiO}]_{10}-[\text{Me}_2\text{SiO}]_{4000}-\text{SiMe}_2\text{ViMe}_3$ $\text{SiO}_{0.5}$ 単位、 SiO_2 単位からなる($\text{Me}_3\text{SiO}_{0.5}$ 単位/ SiO_2 単位=0.85)ポリシロキサンの70%トルエン溶液43部、トルエン27部、下記式の架橋剤0.38部、

【化10】



エチルシクロヘキサノール0.1部

を混合し、シロキサン分約60%のシリコン粘着剤組成物を調製した。この組成物100部にトルエン50部を加え混合した後、白金触媒CAT-PL-50T(信越化学工業社製)0.5部を添加して更に混合し、シリコン粘着剤組成物溶液を調製した。

【0055】このシリコン粘着剤の糊残り性、粘着力、保持力を測定した。結果を表1に示す。

【0056】[実施例2] 比較例2のシリコン粘着剤組成物溶液にフェノール系酸化防止剤(A)0.1部を

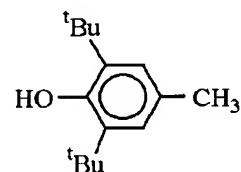
添加し、混合した。このシリコン粘着剤の糊残り性、粘着力、保持力を測定した。結果を表1に示す。

【0057】[実施例3] 比較例2のシリコン粘着剤組成物溶液にフェノール系酸化防止剤(A)5.0部を添加し、混合した。このシリコン粘着剤の糊残り性、粘着力、保持力を測定した。結果を表1に示す。

【0058】[実施例4] 比較例2のシリコン粘着剤組成物溶液にフェノール系酸化防止剤(A)15.0部を添加し、混合した。このシリコン粘着剤の糊残り性、粘着力、保持力を測定した。結果を表1に示す。

【0059】[実施例5] 比較例2のシリコン粘着剤組成物溶液に下記式のフェノール系酸化防止剤(B)0.5部

【化11】



を添加し、混合した。このシリコン粘着剤の糊残り性、粘着力、保持力を測定した。結果を表1に示す。

【0060】[比較例3] 比較例2のシリコン粘着剤組成物溶液にベンゾトリアゾール0.3部を添加し、混合した。このシリコン粘着剤は130℃、1分の硬化条件では硬化しなかった。

【0061】

【表1】

| | 酸化防止剤 (添加量) | 金属板 | 糊 残 り 性 | | | | | | | | | | 粘着力 (N/25mm) | 保持力 (mm) |
|----------|------------------------|-----|-------------|---|---|---|---|----|----|----|----|-----|-----------------|-------------|
| | | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 10 | 12 | 14 | 16 | 18h | | |
| 実施例 1 | A (0.5) | 銅 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | - | - | - | - | - | 8.9 | 0.05 |
| | | 銅板 | - | - | - | - | - | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | | |
| 比較例 1 | なし | 銅 | ○ | ○ | × | × | × | - | - | - | - | - | 8.4 | 0.04 |
| | | 銅板 | - | - | - | - | - | ○ | △ | × | × | × | | |
| 比較例 2 | なし | 銅 | ○ | ○ | △ | × | × | - | - | - | - | - | 2.7 | 0.04 |
| 実施例 2 | A (0.1) | 銅 | ○ | ○ | ○ | ○ | × | - | - | - | - | - | 2.8 | 0.03 |
| 実施例 3 | A (5.0) | 銅 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | - | - | - | - | - | 2.8 | 0.03 |
| 実施例 4 | A (15) | 銅 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | - | - | - | - | - | 2.9 | 落下 |
| 実施例 5 | B (0.5) | 銅 | ○ | ○ | ○ | ○ | × | - | - | - | - | - | 2.7 | 0.05 |
| 比較例 3 | ベンゾトリ アゾール (0.3) | - | 粘着剤が硬化しなかった | | | | | | | | | | | |

【0062】

糊残り性：○ 糊残りなし

△ 一部糊残りあり

× 全面が糊残り

フロントページの続き

Fターム(参考) 4J004 AA11 CA02 CA03 CA04 CA05
CA06 CA07 CA08 CB01 CB02
CD02 CD07 CD08 FA04 FA05
4J040 EK031 EK042 EK081 HB35
JA09 KA14 KA29 LA08 MA02
NA20 PA23